

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2003-183888

(43)Date of publication of application : 03.07.2003

(51)Int.Cl.

C25D 11/08

C25D 11/04

(21)Application number : 2001-387780

(71)Applicant : YOSHIDA HIDEO

(22)Date of filing : 20.12.2001

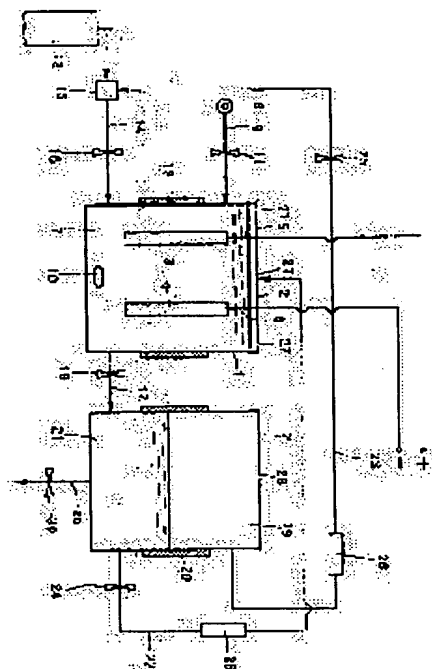
(72)Inventor : YOSHIDA HIDEO  
ABE KENTARO  
SONE MASATO

## (54) ANODIC OXIDATION METHOD AND TREATMENT APPARATUS THEREFOR

## (57)Abstract:

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To provide an anodic oxidation method which is suitable e.g. for the oxidized film formation or electro-polishing of aluminum, adopts soda water as an electrolyte without using a strongly acidic electrolyte, can quickly form an oxidized film at a low cost, enables the improvement in forming operation and the rationalization of water discharge treatment, prevents the temperature rise of an electrolyte without needing a special device, excludes oxygen generated at the periphery of a treated member, thus stabilizing the formation of an oxidized film and giving a high-quality oxidized film, and enables the rationalization of oxidized film formation treatment and the improvement in productivity to be attempted by using supercritical carbon dioxide; and an apparatus therefor.

**SOLUTION:** A member 3 to be treated is electrolyzed as an anode in an electrolyte. An oxidized film is formed on the surface of the member 3. Pressurized carbon dioxide is dissolved in a specified amount of water 7. The oxidized film is formed by using the soda water with a specified acidity concentration as the electrolyte.



(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2003-183888

(P2003-183888A)

(43) 公開日 平成15年7月3日(2003.7.3)

(51) Int.Cl.<sup>7</sup>

識別記号

F I

テマコード\* (参考)

C 2 5 D 11/08  
11/04

C 2 5 D 11/08  
11/04

A  
C  
G

審査請求 未請求 請求項の数11 O L (全 7 頁)

(21) 出願番号 特願2001-387780(P2001-387780)

(22) 出願日 平成13年12月20日(2001.12.20)

(71) 出願人 500398289

吉田 英夫

東京都東村山市久米川町5-33-6

(72) 発明者 吉田 英夫

東京都東村山市久米川町5-33-6

(72) 発明者 阿部 健太郎

東京都東村山市久米川町5-33-6 株式  
会社ワイビーシステム内

(72) 発明者 曾根 正人

東京都小金井市本町3-11-8

(74) 代理人 100085110

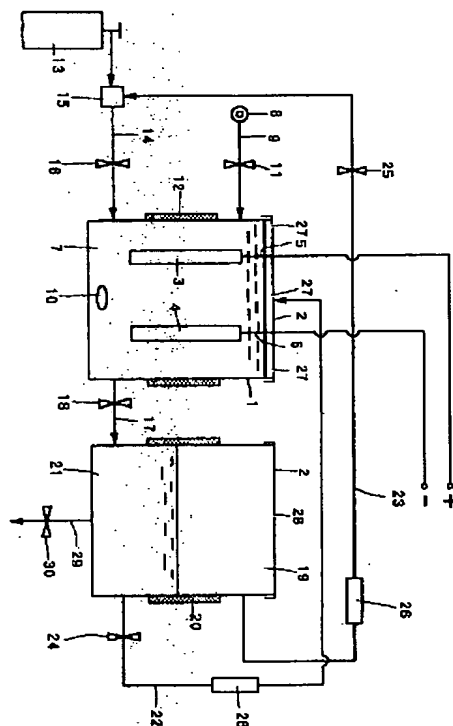
弁理士 千明 武

(54) 【発明の名称】 陽極酸化法およびその処理装置

(57) 【要約】

【課題】 例えばアルミニウムの酸化皮膜生成や電解研磨に好適で、強酸性の電解液の使用を廃し、電解液として炭酸水を採用し、安価かつ速やかに酸化皮膜を生成でき、生成作業の改善と排水処理の合理化を図れるとともに、特別な設備を要することなく、電解液の温度上昇を防止し、また被処理部材周辺の発生酸素を排除して、安定した酸化皮膜生成と良質な酸化皮膜を得られ、しかも超臨界二酸化炭素を用いて、酸化皮膜生成処理の合理化と生産性の向上を図れるようにした、陽極酸化法およびその処理装置を提供すること。

【解決手段】 電解液中で被処理部材3を陽極として電解する。前記被処理部材3の表面に酸化皮膜を生成する。所定量の水7に加圧二酸化炭素を溶解する。所定酸性濃度の炭酸水を電解液として酸化皮膜を生成する。



## 【特許請求の範囲】

【請求項 1】 電解液中で被処理部材を陽極として電解し、前記被処理部材の表面に酸化皮膜を生成する陽極酸化法において、所定量の水に加圧二酸化炭素を溶解し、所定酸性濃度の炭酸水を電解液として酸化皮膜を生成することを特徴とする陽極酸化法。

【請求項 2】 前記被処理部材周辺の酸素に前記炭酸水の気泡を接触させて、前記酸素を移動させる請求項 1 記載の陽極酸化法。

【請求項 3】 前記炭酸水の気泡により、電解液の熱を外部へ放出させる請求項 1 記載の陽極酸化法。

【請求項 4】 前記炭酸水を攪拌して常時気泡を生成する請求項 2 または請求項 3 記載の陽極酸化法。

【請求項 5】 前記被処理部材の脱脂と酸化皮膜生成を、相前後し若しくは同時に処理する請求項 1 記載の陽極酸化法。

【請求項 6】 密閉かつ加圧空間で前記酸化皮膜を生成する請求項 1 記載の陽極酸化法。

【請求項 7】 前記酸化皮膜生成と該皮膜の封孔処理とを同時に処理する請求項 6 記載の陽極酸化法。

【請求項 8】 超臨界二酸化炭素に水を溶解し、所定酸性濃度の炭酸水を電解液として酸化皮膜を生成する請求項 1 記載の陽極酸化法。

【請求項 9】 陽極酸性皮膜生成後、前記電解液を減圧して排水する請求項 1 記載の陽極酸化法。

【請求項 10】 陽極酸性皮膜生成後の前記電解液を減圧かつ加熱して水と二酸化炭素に分離し、これらを排出または再利用する請求項 1 記載の陽極酸化法

【請求項 11】 電解槽に収容した電解液に被処理部材を配置し、該被処理部材を陽極として電解し、前記被処理部材の表面に酸化皮膜を生成する陽極酸化処理装置において、前記電解槽に水と加圧二酸化炭素とを導入し、前記水と加圧二酸化炭素とを溶解して、所定酸性濃度の炭酸水を生成し、該炭酸水を電解液として酸化皮膜を生成可能にしたことを特徴とする陽極酸化処理装置。

## 【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、例えばアルミニウムの酸化皮膜生成や電解研磨に好適で、強酸性の電解液の使用を廃し、電解液として炭酸水を採用し、安価かつ速やかに酸化皮膜を生成でき、生成作業の改善と排水処理の合理化を図れるとともに、特別な設備を要することなく、電解液の温度上昇を防止し、また被処理部材周辺の発生酸素を排除して、安定した酸化皮膜生成と良質な酸化皮膜を得られ、しかも超臨界二酸化炭素を用いて、酸化皮膜生成処理の合理化と生産性の向上を図れるようにした、陽極酸化法およびその処理装置に関する。

【0002】

【従来の技術】例えば、アルミニウムの素地表面に所定厚の酸化皮膜を人工的に生成する、いわゆるアルマイト

（登録商標）法は、特開平 9-176892 号公報のように、電解槽内に硫酸やリン酸等の強酸性の電解液を収容し、該電解液にアルミニウム製の被処理物を収容し、該被処理物を陽極とし、前記電解液との酸化反応によって、アルミニウムの素地表面に酸化皮膜を生成させていた。

【0003】しかし、この従来の酸化皮膜生成法は、硫酸やリン酸等の強酸性の電解液を要し、また電解液の排水に特別な排水設備を要して、生成コストが増大し設備費が高むとともに、有害なガス発生下の作業を強いられるという問題があった。しかも、高硬度の酸化皮膜を生成する場合は、電解槽の浴温を低温に設定しなければならず、また酸化皮膜成長時の放熱による浴温上昇を防止するため、冷却設備とその冷却運転を要する等して、生成コストや設備費が更に増大し生産性が悪かった。

【0004】一方、前記酸化皮膜は、多孔質のバルク層と、不定形アルミナ（ $Al_2O_3$ ）からなるバリヤ層となり、このうち表面側のバルク層に微細な孔が多数形成され、該孔に染料を染込ませることで着色が可能になり、着色後、前記孔を閉塞する封孔処理を行ない、酸化皮膜表面の耐食性や防汚性を向上するようにしていた。

【0005】しかし、前記封孔処理には、陽極酸化処理槽と別個の処理槽と、陽極酸化後の被処理物の移し替えを要し、また前記処理槽に加圧水蒸気を送り込み、若しくは処理槽に収容した水を約 100℃ に加熱し、これに酢酸ニッケル等の封孔剤の添加を要する等して、設備費が高み工程が煩雑になるという問題があった。

【0006】

【発明が解決しようとする課題】本発明はこのような問題を解決し、例えばアルミニウムの酸化皮膜生成や電解研磨に好適で、強酸性の電解液の使用を廃し、電解液として炭酸水を採用し、安価かつ速やかに酸化皮膜を生成でき、生成作業の改善と排水処理の合理化を図れるとともに、特別な設備を要することなく、電解液の温度上昇を防止し、また被処理部材周辺の発生酸素を排除して、安定した酸化皮膜生成と良質な酸化皮膜を得られ、しかも超臨界二酸化炭素を用いて、酸化皮膜生成処理の合理化と生産性の向上を図れるようにした、陽極酸化法およびその処理装置を提供することを目的とする。

【0007】

【課題を解決するための手段】請求項 1 の発明は、電解液中で被処理部材を陽極として電解し、前記被処理部材の表面に酸化皮膜を生成する陽極酸化法において、所定量の水に加圧二酸化炭素を溶解し、所定酸性濃度の炭酸水を電解液として酸化皮膜を生成するようにして、従来の硫酸やリン酸のような強酸性の電解液の使用を廃し、安価かつ安全な電解液を使用して、生成コストの低減と作業環境の改善を図れるとともに、特別な排水処理設備を要することなく排水でき、設備費の低減と環境汚染の防止を図れるようにしている。

【0008】請求項2の発明は、前記被処理部材周辺の酸素に前記炭酸水の気泡を接触させて、前記酸素を移動させ、該酸素による酸化皮膜生成の悪影響を排除し、安定した酸化皮膜生成と良質な酸化皮膜を得られるようにしている。請求項3の発明は、前記炭酸水の気泡により、電解液の熱を外部へ放出させ、従来のような特別な冷却手段を要することなく、酸化皮膜の成長に伴う電解液の温度上昇を防止し、良質な酸化皮膜を得られるようにしている。

【0009】請求項4の発明は、前記炭酸水を攪拌して常時気泡を生成し、被処理部材周辺に発生する酸素を排除するとともに、酸化皮膜の成長に伴う電解液の温度上昇を防止するようにしている。請求項5の発明は、前記被処理部材の脱脂と酸化皮膜生成を、相前後若しくは同時に処理し、前処理工程の一部と酸化皮膜生成工程を合理的に行ない、生産性の向上を図れるようにしている。

【0010】請求項6の発明は、密閉かつ加圧空間で前記酸化皮膜を生成するようにして、二酸化炭素の流出を防止し、その回収と再生の容易化を図るとともに、炭酸水の酸性濃度の向上を促すようにしている。請求項7の発明は、前記酸化皮膜生成と該皮膜の封孔処理とを同時に処理し、これらの処理工程を合理化して、これらの処理を別々に行なう作業の煩雑と、処理槽および付帯設備をそれぞれ要する不合理と、を解消するようにしている。

【0011】請求項8の発明は、超臨界二酸化炭素に水を溶解し、所定酸性濃度の炭酸水を電解液として酸化皮膜を生成するようにして、被処理部材の脱脂と酸化皮膜生成、および封孔処理と洗浄処理とを単一の処理槽で処理可能にし、その合理化と生産性の向上を図るようにしている。請求項9の発明は、陽極酸性皮膜生成後、前記電解液を減圧して排水するようにして、使用後の電解液の酸性濃度を低下し、特別な排水処理設備を要することなく、その容易かつ安全な排水を実現し、同時に環境汚染を防止するようにしている。

【0012】請求項10の発明は、陽極酸性皮膜生成後の前記電解液を減圧かつ加熱して水と二酸化炭素に分離し、これらを排出または再利用するようにして、前記電解液の容易かつ安全な排水を実現するとともに、分離後の水と二酸化炭素の有効利用を図るようにしている。

【0013】請求項11の発明は、電解槽に收容した電解液に被処理部材を配置し、該被処理部材を陽極として電解し、前記被処理部材の表面に酸化皮膜を生成する陽極酸化処理装置において、前記電解槽に水と加圧二酸化炭素とを導入し、前記水と加圧二酸化炭素とを溶解して、所定酸性濃度の炭酸水を生成し、該炭酸水を電解液として酸化皮膜を生成可能にして、超臨界二酸化炭素に水を溶解し、被処理部材の脱脂と酸化皮膜生成、および封孔処理と洗浄処理とを単一の処理槽で処理可能にし、その合理化と生産性の向上を図るようにしている。

【0014】

【発明の実施の形態】以下、本発明を被処理部材であるアルミニウム若しくはその合金の陽極酸化法に適用した図示の実施形態について説明すると、図1において1はステンレス鋼製の有底の電解槽で、その内面を塩化ビニール等でライニングしており、その上側の開口部に蓋体2が容易に着脱可能に装着されている。

【0015】前記電解槽1内に、陽極酸化皮膜生成対象であるアルミニウム製の被処理部材3と、鉛板等の陰極材料4とが、引掛け5、6を介して出し入れ可能に吊り下げられ、それらに電源装置の陽極と陰極が接続されている。前記浴槽1内に電解液の生成素材である水道水、純水等の水7が收容され、その上部周面に給水源8に連通する給水管9が接続されている。

【0016】図中、10は電解槽1の底部に收容したスターラ等の攪拌子11は給水管9に介挿した開閉弁、12は電解槽1の周面に装着したヒータで、前記水7を所定温度、実施形態では30～40℃に加熱可能にしている。この場合、前記温度に加熱した温水を電解槽1へ供給してもよい。

【0017】前記電解槽1の外部に、電解液の生成素材として、安全で安定した加圧液体若しくは加圧気体である、例えば二酸化炭素を收容したガス容器13が設置され、そのガス導管14が圧縮ポンプ15および開閉弁16を介して、電解槽1の下部周面に接続されている。

【0018】前記圧縮ポンプ15は、前記二酸化炭素を所定圧、実施形態では二酸化炭素を大気圧以上から亜臨界若しくは超臨界圧（7.4MPa）以上に加圧可能にし、前記二酸化炭素を電解槽1内に供給し、かつこれに前記水7を溶解させて、電解液である炭酸（ $\text{H}_2\text{CO}_3$ ）水を生成可能にしている。

【0019】前記電解槽1の下部に連通管17が接続され、該管17に開閉弁18が介挿され、その下流側端部を貯留タンク19に接続している。前記貯留タンク19は、前記電解槽1と実質的に同一かつ略同容積に構成され、その周面にヒータ20を装着して、前記タンク19内に收容した貯留液21を所定温度に加熱可能にしている。実施形態では貯留液21を略50℃に加熱し、該貯留液21の主成分である炭酸水を水と二酸化炭素に分解可能にしている。

【0020】前記貯留タンク19の上下周面にリターンパイプ22、23が接続され、それらの他端が前記電解槽1と圧縮ポンプ15に接続され、これらに前記分解した水と二酸化炭素を還流可能にしている。図中、24、25は前記リターンパイプ22、23に介挿した開閉弁、26はリターンパイプ22、23に介挿したフィルタ若しくはイオン交換樹脂、27、28は蓋体2、2に形成した抜気孔である。

【0021】前記貯留タンク19の下部に排出管29が接続され、その下流側端部が下水道に連通しており、3

0は前記排出管29に介挿した開閉弁である。

【0022】このように構成した陽極酸化法およびその処理装置は、開閉可能な電解槽1と、該電解槽1に水7を供給可能な給水源8と、前記電解槽1に液体若しくは気体状、実施形態では密度の高い液体二酸化炭素を供給可能なガス容器13と、前記陽極酸化皮膜生成処理後の処理液を一次的に収容可能な貯留タンク19とを要する。

【0023】すなわち、従来の硫酸や硝酸等による強酸性の電解液の使用を廃し、安価かつ安全な水7と二酸化炭素を用いることで、生成コストを低減でき、また有害なガス発生下での作業環境を改善し、作業の安全性を図れる。しかも、強酸性の電解液の使用を廃することで、従来の中和設備のような特別な排水設備を要せず、設備費の低減を図れる。

【0024】しかも、炭酸水の電解液を攪拌子10を介して常時攪拌することで、電解液に微細な気泡が大量に生成され、この気泡の移動によって浴温の放熱を促し、その昇温を防止する。したがって、例えば酸化皮膜の成長に伴う電解液の温度上昇を防止し、その一定の温度状態を維持することで、酸化皮膜生成が安定し、良質な酸化皮膜を得られる一方、このための冷却手段を省略し、若しくはその小能力化を図れる。

【0025】更に、陽極酸化処理後の処理液は、後述のように貯留タンク19で水と二酸化炭素に分解され、それらを電解槽1および圧縮ポンプ15に還流して、再利用しているから、それらの有効利用と消費の節減を図れる。

【0026】次に、前記処理装置によって被処理部材3を陽極酸化処理する場合は、被処理部材3を予め前処理し、脱脂およびエッチング若しくは化学研磨または電解研磨、或いは梨地加工後の被処理部材3を電解槽1内に収容し、これを電源装置の陽極に接続する。この後、蓋体2を装着し、給水源8から水7を電解槽1へ供給し、該水7の中に前記被処理部材3を浸漬させる。

【0027】前記水7を定量供給後、ガス容器13から二酸化炭素を電解槽1へ供給し、これを圧縮ポンプ15で所定圧、実施形態では大気圧以上に加圧し、更にヒータ12を介して前記水7を30～40℃に加熱する。また、これと前後して攪拌子10を作動し、電解液7を攪拌して、その温度分布と酸性濃度分布を一様化する。

【0028】このようにすると、前記二酸化炭素が攪拌子10の攪拌と相俟って、電解槽1の水中7をバブリング状態で旺盛に上昇し、該水7に溶解して炭酸( $H_2CO_3$ )を生成し、前記水7を酸性化する。この場合、前記二酸化炭素は大気圧以上に加圧され、また前記水7が加熱されて、二酸化炭素の溶解を促すから、前記水7の酸性濃度が上昇し、酸化皮膜生成に十分な酸性(PH3～4)濃度を速やかに形成する。なお、前記炭酸水の酸性濃度は、使用に伴って経時的に低下するから、適時二

酸化炭素を送り込み、所定の酸性濃度を維持させる。

【0029】このような状況の下で被処理部材3に正電流を通電すると、被処理部材3が前記酸性化した電解液と酸化反応し、その素地表面に不定形アルミナ( $Al_2O_3$ )の陽極酸化皮膜が形成される。

【0030】その際、被処理部材3の周囲には、水の電気分解によって酸素が発生し、陽極酸化皮膜の生成を阻害する恐れがある。しかし、前記酸素は前記バブリング状の二酸化炭素に衝突若しくは接触して移動し、前記酸化反応を維持させるから、陽極酸化皮膜が円滑かつ速やかに成長する。

【0031】一方、このような酸化皮膜の成長に伴って、電解液である炭酸水が発熱し、その温度が上昇して良質な陽極酸化皮膜の生成を阻害する恐れがある。しかし、実施形態では微細な気泡が大量に生成され、この気泡の移動によって浴温の放熱を促し、その昇温を防止するから、安定した酸化皮膜生成と良質な酸化皮膜を得られる。その際、このための冷却手段を省略し、若しくはその小能力化を図れるから、その分設備費の低減を図れる。

【0032】そして、前記陽極酸化処理を所定時間実行し、十分な厚さの陽極酸化皮膜を得られたところで、二酸化炭素の供給を停止し、攪拌子10の駆動を停止して、開閉弁18を開弁する。

【0033】このようにすると、電解槽1内が減圧され、前記二酸化炭素の溶解度が低下し、その処理液が連通管17に導かれて貯留タンク19へ押し出され、その全量が貯留タンク19へ移動したところで、開閉弁18を開弁する。

【0034】このため、前記貯留タンク19内の貯留液21が減圧され、二酸化炭素の溶解度が低下するため、その酸性濃度が急速に低下し、環境への実害の恐れがなくなる。そこで、開閉弁28を開弁し、前記貯留液21を排出管27から下水道へそのまま排出することができる。

【0035】その際、貯留液19内に例えば重金属が存在する場合、前記貯留液21中から二酸化炭素が消失することで、炭酸水から分離し、前記タンク19内に沈殿するしたがって、排出管29に設けたフィルタ(図示略)を介して、他の異物や酸化皮膜と一緒に回収可能になり、前記排水の安全性を確保し、環境汚染を防止するとともに、その回収後は通常の廃棄物として処理し得る。

【0036】一方、本発明は前記貯留液21を再利用することができ、その場合はヒータ20を加熱し、貯留タンク19内の貯留液21を略50℃に加熱する。このようにすると、貯留液21の炭酸水が二酸化炭素と水に分離され、これらが気液二層に分離される。つまり、気体状の二酸化炭素が上位に位置し、水が下位に位置する。

【0037】そこで、開閉弁25、26を開弁すれば、

前記分解した二酸化炭素と水が、リターンパイプ 22、23 に導かれて、電解槽 1 および圧縮ポンプ 15 へ移動し、それらの再利用が可能になる。その際、前記二酸化炭素と水は、各リターンパイプ 22、23 に介挿したフィルタ 26、26 によって、重金属や酸化皮膜、異物を除去される。この場合、前記分解によって貯留液 21 から二酸化炭素が完全に抜け出るから、前記重金属や酸化皮膜等が完全に沈殿し、これらを精度良く回収できる。

【0038】このように、本発明は水と二酸化炭素の安価な素材で、被処理部材 3 の陽極酸化皮膜を生成し、従来の硫酸や蔭酸等による強酸性の電解液の使用を廃し、生成コストを低減するとともに、有害なガス発生下での作業環境を改善し、作業の安全性を図れ、しかも強酸性の電解液の使用を廃することで、従来の中和設備のような特別な排水設備を要せず、設備費の低減を図れる。

【0039】また、炭酸水の電解液に微細な気泡を大量に生成し、この気泡の移動によって浴温の放熱を促し、その昇温を防止して、陽極酸化皮膜成長時の浴温の上昇を防止し、良質な陽極酸化皮膜の生成を図れるとともに、このための冷却手段を省略し、若しくはその小能力

【0040】更に、陽極酸化処理後の処理液は、貯留タンク 19 で水と二酸化炭素に分離し、それらを電解槽 1 および圧縮ポンプ 15 に還流して再利用し、それらの有効利用と消費の節減を図るようにしたものである。

【0041】なお、前述の実施形態では、予め前処理した被処理部材 3 を電解槽 1 に収容しているが、脱脂処理については、予め当該処理をすることなく、電解槽 1 に収容して同時に処理し得る。すなわち、電解槽 1 に被処理部材 3 を収容後、加圧した二酸化炭素を電解槽 1 内の水 7 に送り込み、これを微粒化して高速移動させ、被処理部材 3 に衝突させることで、被処理部材 3 の表面に付着した油脂分を剥離し、脱脂させる。

【0042】この場合、前記二酸化炭素は電解槽 1 の下方から供給され、これが水中 7 をバブリング状態で上昇するから、前記二酸化炭素が水 7 に速やかに溶解して飽和し、溶解度の上昇を促すとともに、前記攪拌子 10 と相俟って一様かつ精密な攪拌効果が得られ、前記脱脂作用を増進する。

【0043】なお、前記方法の代わりに、前記水 7 を電解槽 1 内に霧状に噴霧し、同時に前記二酸化炭素を供給して、それらを混合すれば、それらの接触面積が更に増大して、溶解度の上昇を促すとともに、精密な攪拌効果が得られ、前記脱脂作用が一層増進する。

【0044】図 2 および図 3 は本発明の他の実施形態を示し、前述の実施形態の構成と対応する部分に、同一の符号を用いている。このうち、図 2 は本発明の第 2 の実施形態を示し、この実施形態は電解槽 1 の外側に電解液生成器 31 を設置し、該生成器 31 に前記ガス導管 14 と給水管 9 を接続し、該生成器 31 に導入した二酸化炭

素と水とを反応して、電解液である炭酸水 32 を生成し、これを導管 33 を介して電解槽 1 へ供給している。

【0045】図中、34 は導管 33 に介挿した開閉弁、35 は蓋体 2 に取り付けた排気弁で、電解槽 1 の上部に設けた液面センサ 36 の検出作動によって開弁し、電解液 32 と蓋体 2 との間に滞留した二酸化炭素を外部へ排出するとともに、電解液 32 の溢出を防止可能にしている。

【0046】すなわち、この実施形態は外部の電解液生成器 31 によって、電解液である炭酸水を生成し、これを電解槽 1 に供給することで、炭酸水生成の容易化と、炭酸水生成設備のコンパクト化と低廉化を図るようにしている。また、前記蓋体 2 を屈曲かつ伸縮自在な蛇腹状に構成し、該蓋体 2 を介して電解槽 1 の開口部を一部を残して閉塞し、かつその先端部を電解液 32 中に没入させて、電解槽 1 の開口部の大半を閉塞している。

【0047】そして、陽極酸化皮膜生成時は、図示のように電解槽 1 を半密閉状態にし、電解液 32 と蓋体 2 との間に滞留した二酸化炭素の流出を可及的に抑制し、一定以上滞留した二酸化炭素を前記排気弁 35 で排出し、作業の安全性と電解液 32 の溢出防止を図っている。この場合、電解槽 1 の上部に滞留した二酸化炭素を前記電解液生成器 31 へ還流すれば、その有効利用を図れる。また、ガス導管 14 と別個に二酸化炭素を直接電解槽 1 へ送り込めば、電解液 32 の酸性濃度を一定に維持させることができる。

【0048】図 3 は本発明の第 3 の実施形態を示し、この実形態は電解槽 1 および貯留タンク 19 を密閉可能な耐圧構造に構成し、このうち電解槽 1 に二酸化炭素と水 7 を独自若しくは同時に導入し、それらを超臨界状態に形成可能にしている。

【0049】また、貯留タンク 19 は電解槽 1 の処理流体を一次的に貯留し、かつその処理流体を気液分離して再生し、この再生した水と二酸化炭素を電解槽 1 と圧縮ポンプ 15 へ還流させ、再利用可能にしている。

【0050】前記電解槽 1 に脱脂前の被処理部材 3 を収容し、該槽 1 を密閉後に二酸化炭素を導入し、該二酸化炭素を圧縮ポンプ 15 およびヒータ 12 を介して超臨界状態、つまり 7.4 MPa および 31℃ 以上に形成し、被処理部材 3 を脱脂洗浄する

【0051】前記脱脂洗浄後、開閉弁 18 を開弁し、洗浄後の二酸化炭素を貯留タンク 19 へ送り出し、開閉弁 18 を閉弁後、電解槽 1 に所定量の水 7 と二酸化炭素を導入し、これらを溶解して炭酸水を生成し、これに所定の界面活性剤を添加して、超臨界二酸化炭素のエマルジョン状態を形成する。

【0052】この場合、電解槽 1 内が高圧状態であるから、それだけ水 7 に対する二酸化炭素の溶解度が上昇し、炭酸水の酸性濃度が上昇する。そして、攪拌子 10 を作動して電解液を攪拌し、該電解液中に微細かつ多量

の気泡を生成させるとともに、被処理部材 3 に正電流を  
通電し、前記脱脂処理した被処理部材 3 が電解液と酸化  
反応して、その素地表面に不定形アルミナ ( $Al_2O_3$ )  
の陽極酸化皮膜が生成される。

【0053】所定時間処理後、通電を停止し、かつ開閉  
弁 18 を開弁して、気液二層に分離した水 7 と二酸化炭  
素とを貯留タンク 19 へ送り出す。その際、電解槽 1 の  
系内に一定の流れが発生し、これが被処理部材 3 を洗浄  
するとともに、その乾燥を促し、従来の陽極酸化処理後  
の水洗いを省ける。

【0054】こうして生成した陽極酸化皮膜について、  
発明者が着色を試みたところ、着色不能であった。これ  
は、陽極酸化皮膜生成時に電解槽 1 内が 7.4 MPa の  
高圧状態に置かれるため、陽極酸化皮膜生成と同時に封  
孔処理が行なわれ、陽極酸化皮膜のバルク層の孔が塞が  
れた結果である、と考えられる。

【0055】したがって、超臨界二酸化炭素の下で陽極  
酸化皮膜を生成すると、封孔処理が同時に行なわれるか  
ら、従来のように封孔処理用の処理層や、該処理層への  
被処理部材 3 の煩雑な移し替えの必要がなく、設備費の  
低減と設備のコンパクト化並びに生産性の向上を図れ  
る。

【0056】なお、前述の実施形態は、何れも本発明を  
陽極酸化皮膜生成に適用しているが、これに限らず陽極  
酸化法と実質的に同様な原理の電解研磨に適用すること  
も可能である。

【0057】

【発明の効果】以上のように、請求項 1 の発明は、所定  
量の水に加圧二酸化炭素を溶解し、所定酸性濃度の炭酸  
水を電解液として酸化皮膜を生成するようにしたから、  
従来の硫酸やリン酸のような強酸性の電解液の使用を廃  
し、安価かつ安全な電解液を使用して、生成コストの低  
減と作業環境の改善を図るとともに、特別な排水処理設  
備を要することなく排水でき、設備費の低減と環境汚染  
の防止を図ることができる

【0058】請求項 2 の発明は、前記被処理部材周辺  
の酸素に前記炭酸水の気泡を接触させて、前記酸素を移動  
させたから、該酸素による酸化皮膜生成の悪影響を排除  
し、安定した酸化皮膜生成と良質な酸化皮膜を得ること  
ができる。請求項 3 の発明は、前記炭酸水の気泡によ  
り、電解液の熱を外へ放出させたから、従来のような  
特別な冷却手段を要することなく、酸化皮膜の成長に伴  
う電解液の温度上昇を防止し、良質な酸化皮膜を得るこ  
とができる。

【0059】請求項 4 の発明は、前記炭酸水を攪拌して  
常時気泡を生成したから、被処理部材周辺に発生する酸  
素を排除し、安定した酸化皮膜生成を得られるととも  
に、酸化皮膜の成長に伴う電解液の熱の放出を促し、電  
解液の温度上昇を防止して、良質な酸化皮膜を得られる  
効果がある。請求項 5 の発明は、前記被処理部材の脱脂

と酸化皮膜生成を、相前後若しくは同時に処理したか  
ら、前処理工程の一部と酸化皮膜生成工程を合理的に行  
ない、生産性の向上を図ることができる。

【0060】請求項 6 の発明は、密閉かつ加圧空間で前  
記酸化皮膜を生成するようにしたから、二酸化炭素の流  
出を防止し、その回収と再生の容易化を図れるととも  
に、炭酸水の酸性濃度の向上を促すことができる。請求  
項 7 の発明は、前記酸化皮膜生成と該皮膜の封孔処理と  
を同時に処理したから、これらの処理工程を合理化で  
き、これらの処理を別々に行なう作業の煩雑と、処理槽  
および付帯設備をそれぞれ要する不合理と、を解消する  
ことができる

【0061】請求項 8 の発明は、超臨界二酸化炭素に水  
を溶解し、所定酸性濃度の炭酸水を電解液として酸化皮  
膜を生成するようにしたから、被処理部材の脱脂と酸化  
皮膜生成、および封孔処理と洗浄処理とを単一の処理槽  
で処理することができ、その合理化と生産性の向上を図  
ることができる。

【0062】請求項 9 の発明は、陽極酸性皮膜生成後、  
前記電解液を減圧して排水するようにしたから、使用後  
の電解液の酸性濃度を低下し、特別な排水処理設備を要  
することなく、その容易かつ安全な排水を実現し、同時  
に環境汚染を防止することができる。請求項 10 の発明  
は、陽極酸性皮膜生成後の前記電解液を減圧かつ加熱し  
て水と二酸化炭素に分離し、これらを排出または再利用  
するようにしたから、前記電解液の容易かつ安全な排水  
を実現できるとともに、分離後の水と二酸化炭素の有効  
利用を図ることができる。

【0063】請求項 11 の発明は、電解槽に水と加圧二  
酸化炭素とを導入し、前記水と加圧二酸化炭素とを溶解  
して、所定酸性濃度の炭酸水を生成し、該炭酸水を電解  
液として酸化皮膜を生成可能にしたから、超臨界二酸化  
炭素に水を溶解し、被処理部材の脱脂と酸化皮膜生成、  
および封孔処理と洗浄処理とを単一の処理槽で処理で  
き、その合理化と生産性の向上を図ることができる。

【図面の簡単な説明】

【図 1】本発明をアルミニウム製品の陽極酸化処理に適  
用した実施形態を示す説明図である。

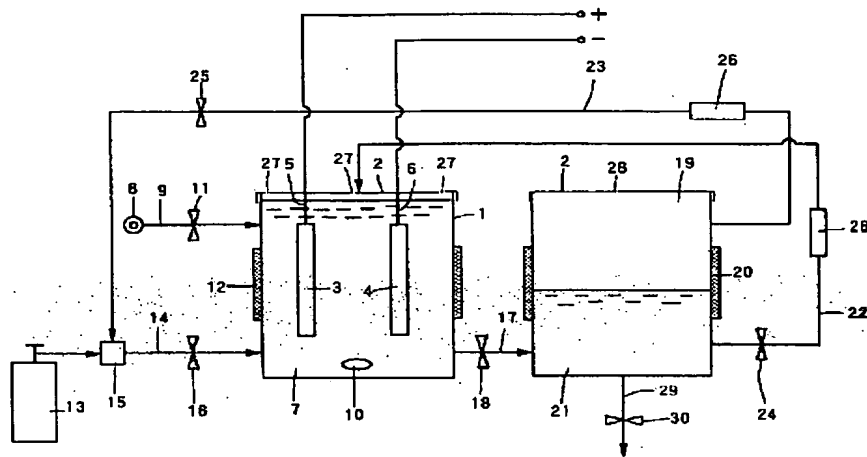
【図 2】本発明の第 2 の実施形態を示す説明図で、電解  
槽の外部で電解液を生成し、これを電解槽に供給してい  
る。

【図 3】本発明の第 3 の実施形態を示す説明図で、耐圧  
かつ密閉した電解槽に超臨界二酸化炭素を導入し、これ  
に水を溶解して、陽極酸化処理している。

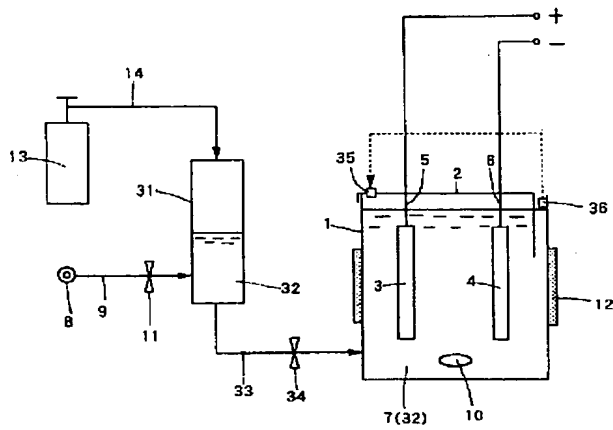
【符号の説明】

1	電解槽
3	被処理部材
7	水

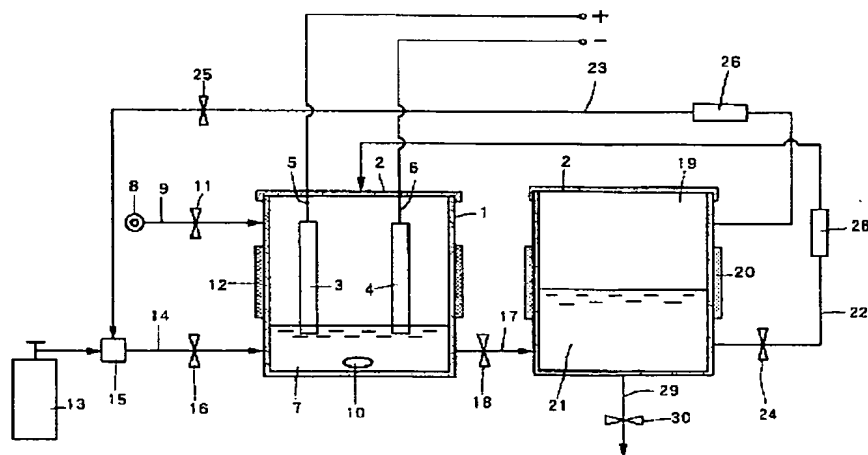
【図1】



【図2】



【図3】





## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2003-073868

(43)Date of publication of application : 12.03.2003

(51)Int.Cl.

C23G 1/08

B01D 19/00

C02F 1/20

C02F 1/68

(21)Application number : 2001-265032

(71)Applicant : YOSHIDA HIDEO

(22)Date of filing : 31.08.2001

(72)Inventor : YOSHIDA HIDEO

SONE MASATO

ABE KENTARO

## (54) METHOD FOR ACTIVATING SURFACE OF BASE MATERIAL AND APPARATUS THEREFOR

## (57)Abstract:

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To provide a method for activating the surface of a base material, which is suitable for pretreatment in electrochemical treatment, for instance, electrodeposition, can remove an oxide film on the surface of the base metal while simultaneously degreasing the surface, effectively and rationally, with a safe and inexpensive solution, increases productivity, reduces cost of equipment, and rationalizes waste liquid treatment to recycle it and prevent environmental pollution, and to provide an apparatus therefor.

**SOLUTION:** The method for activating the surface of the base material comprises degreasing the surface of a material to be treated 3 or removing the oxide film. The method is characterized by dissolving compressed carbon dioxide into a predetermined amount of water 5, and preparing a solution for oxide film removal having a predetermined acidic concentration.

